

SECRET/CONTROL - US OFFICIALS ONLY

Security Information

25X1A

German Democratic Republic

25X1A

PROCESS FOR MAKING A GAS-PURIFYING MASS (6 pp; German; [REDACTED])

25X1A

5X1X

Comment: The document is a patent application for a process for making a gas-purifying mass and obtaining the by-products from compounds containing iron oxide. The core of the process is the evaporation of the caustic alkali mixture by stirring until it is nearly dry and subsequently separated.

25X1A

The first page of this 6-page photostated document is a covering memorandum for the patent application. The document does not indicate by whom the memorandum was prepared or for whom. The remaining pages are the actual patent application, containing a detailed description of the process.

Return to CIA Library

Foreign language document or microfilm of it [REDACTED] may be obtained from CIA Library, 25X1A  
Ext. [REDACTED]

25X1A

25X1A

11 February 1953

SECRET/CONTROL - US OFFICIALS ONLY

INTELLOFAX 29

CENTRAL INTELLIGENCE AGENCY

REPORT NO. [REDACTED]

## INFORMATION REPORT

CD NO.

COUNTRY East Germany

DATE DISTR. 15 January 1953

SUBJECT Process for Making a Gas-Purifying Mass

NO. OF PAGES 1

PLACE ACQUIRED 25X1A [REDACTED]

NO. OF ENCLS. 1 (1 page;  
(LISTED BELOW) 6 photostats)

DATE OF INFO ACQUIRED [REDACTED]

25X1X SUPPLEMENT TO  
REPORT NO.

The attached report is sent to you for retention.

25X1A [REDACTED]

THIS DOCUMENT IS TO BE KEPT ATTACHED  
DO NOT DETACH

CLASSIFICATION

SECRET

25X1A

SECRET/CONTROL - US OFFICIALS ONLY

Security Information

25X1A

German Democratic Republic

25X1A

PROCESS FOR MAKING A GAS-PURIFYING MASS (6 pp; German; [REDACTED])

25X1A

25X1X

Comment: The document is a patent application for a process for making a gas-purifying mass and obtaining the by-products from compounds containing iron oxide. The core of the process is the evaporation of the caustic alkali mixture by stirring until it is nearly dry and subsequently separated.

25X1A The first page of this 6 page photostated document is a covering memorandum for the patent application. The document does not indicate by whom the memorandum was prepared or for whom. The remaining pages are the actual patent application, containing a detailed description of the process.

Foreign language document or microfilm of it [REDACTED] may be obtained from CIA Library, 25X1A  
Ext. [REDACTED] 25X1A

25X1A

11 February 1953

25X1A [REDACTED]

- 1: The document is a patent application for a process for making gas-purifying mass and the obtaining of the by-products from compounds containing iron oxide. The core of the process is the evaporation of the caustic alkali mixture by stirring until it is nearly dry and subsequently separated.

SECRET

SECRET

**SECRET**Beitrag zur Herstellung von Garreinigungsmasse.

In Bestätigung der Besprechung am 16.2.51 mit den Herren L ü d t k e und Dr. G r u s o n übersenden wir Ihnen in der Anlage Abschrift der Patentanmeldung. Die Patentanmeldung selbst wurde aus rechtlichen Gründen abgestellt auf die Herstellung von Reinigungsmasse und die Gewinnung von Nebenprodukten als Nebenanspruch erwähnt; jedoch ist die Möglichkeit angesprochen, die Reinigungsmasse als Nebenprodukt anfallen zu lassen.

Der Kern des Verfahrens ist die Eindampfung des ätzalkalischen Gemisches unter Bewegung bis nahezu zur Trockne und anschließende Zerlegung. In den Laborversuchen hat sich ein Trommelofen bewährt, in dem durch eingebrachte Eisenteile die Masse in Bewegung gehalten wird und gleichzeitig eine Feinmahlung stattfindet, so daß ein nahe zu staubförmiges Produkt anfällt. Wie bereits ausgeführt, ist ein wesentlicher Vorteil des Verfahrens die hervorragend gute Absetzbarkeit des Schlammes.

Die Möglichkeit eines Zusatzes von nach unserem Verfahren erzeugten Schlämmen zum eigentlichen Bayerschlamm und damit die Verbesserung des Bayer-Verfahrens ist vorgesehen. Der in der Verfahrensschrift erwähnte Zusatz "nach Autoklaven" soll nur eine Möglichkeit sein.

Ein Zusatz von Kalk - nach den bisherigen Versuchen bis zu einem Verhältnis 1 : 1 bezogen auf  $\text{Na}_2\text{O}$  - ist für den Aufschluß der Schlämme nicht schädlich und es ergibt sich die Möglichkeit, auf diesem Wege die Natrolith-Bildung durch Bildung des unlöslichen Calcium-Silikates zurückzuhalten. Die Ihnen übergebene Probe Aluminiumhydroxyd wurde noch ohne Kalkzusatz durch Aufschluß des Bauxits mit 3 Mol NaOH, also 1 kg NaOH auf je 1 kg. Bauxit, gewonnen.

Wir würden uns freuen, wenn die von uns durchgeführte Arbeit in Eingliederung in Ihre Fabrikation ein beide Teile befriedigendes Ergebnis bringt und stellen unsere Erfahrungen und nach Möglichkeit unsere Mitarbeit zur weiteren Ausarbeitung des beide Teile interessierenden Verfahrens zur Verfügung.

**SECRET**

**SECRET**

Verfahren zur Herstellung von Gasreinigungsmasse  
aus Eisenoxyd enthaltenden Massen

Es ist an sich bekannt, zur Reinigung von Gasen, von Schwefelwasserstoff und Cyan eisenhydroxydhaltige Massen einzusetzen, die als Lautmasse oder als Luxmasse bekannt, bei der Aluminiumoxydherstellung nach dem Löwig-Verfahren aus Bauxit anfallen. Nach diesem Verfahren wird der feingemahlene Bauxit mit 1 - 1,25 Mol Soda in Drehrohröfen im direkten Generatorgasfeuer bei Rotglut bis zum Sintern erhitzt. Die grünliche Masse wird mit Wasser ausgelaugt. Die Rückstände werden nach Auswaschen mit 2% Alkali und 30% Wasser als Gasreinigungsmasse abgegeben. Aus den entstandenen Laugen wird das Aluminiumoxyd durch Ausrühren und Ausfällen mit Kohlensäure entfernt. Die Sodalösung wird zur Trockene eingedampft, das Salz wird kalzinert und kehrt in den Betrieb zurück. Ein Nachteil ist ein fühlbarer Verlust an Aluminiumoxyd und Soda infolge nicht zu vermeidender Bildung von Natrium-Aluminium-Silikat.

Der bei dem sogen. Bayer-Verfahren zur Aluminiumoxydherstellung mit flüssiger Natronlauge (ca. 1,7 Mol ) unter Druck bei 160 - 180° anfallende Rotschlamm mit erheblichem Eisenoxydgehalt ist gegen Schwefelwasserstoff nahezu inaktiv, da eine Natriumferritbildung nicht eintritt. Der Rotschlamm enthält alle nicht aufgeschlossenen Teile und ist infolge seiner Feinheit nur schwierig durch Druckfiltration von der dickflüssigen Natriumaluminatlauge zu trennen.

Ein drittes Verfahren zur Aufschliessung des Bauxits ohne Druck mit Ätznatronlauge bei Temperaturen von 180 - 500° im Molverhältnis 1:1,3 der Chemischen Fabrik Griesheim-Elektron hat sich in der Praxis nicht eingeführt, weil der Wechsel zwischen den Perioden des Eindampfens und der Zuführung von flüssiger Natronlauge erhebliche Wärmeverluste bedingte und die Auslaugung der Schmelze im Reaktionskessel keine betriebsmässig günstigen Bedingungen darstellte.

Ein Verfahren zur Aktivierung von Kiesabbränden, Eisenerzen oder ähnlichen eisenoxydhaltigen, gegen Schwefelwasserstoff inaktiven Massen ist bisher nicht bekannt geworden.

**SECRET**

worden ist. Erfindungsgemäss soll es aber auch möglich sein, Massen mit Restgehalten von wenigen Prozent Wasser bzw. eben noch breiiger Konsistenz durch geeignete Austragsvorrichtungen dem Reaktionsgefäss zu entnehmen und der Versetzung zuzuführen.

Die Konzentration der Mutterlaugen kann erfindungsgemäss so hoch gehalten werden, dass eine stufenweise Zerlegung des Trinatriumferrites über die basischen Ferrite erfolgt. Bei der guten Absatzfähigkeit des entstandenen Eisenhydroxydes ist eine diskontinuierliche Auswaschung im Rührgefäss mit anschliessender Dekantation und eine fortschreitende Anreicherung der Mutterlauge an Natriumhydroxyd möglich. Erfindungsgemäss soll es aber auch möglich sein, die Auswaschung in einem Arbeitsgang vorzunehmen und ihn kontinuierlich zu gestalten.

Die entstandenen Mutterlaugen werden vor ihrer Rückkehr in den Prozess ganz oder teilweise einer Aufarbeitung unterzogen, um die entstandenen Verbindungen wie beispielsweise Aluminate, Kuprite, Aurate Selenite oder Arsenite zu gewinnen. Je nach der Art des Ausgangsstoffes kann die Gewinnung beispielsweise der in den alkalischen Mutterlaugen enthaltenen Metallverbindungen nach an sich bekannten Verfahren zur Besserung der Wirtschaftlichkeit zum Hauptzweck des ganzen Verfahrens werden. Vor dem Wiederezusatz der Mutterlauge zum Prozess kann durch eine Kalkzugabe eine Kaustifizierung erfolgen.

Das durch Zerlegung der Ferrite entstandene Eisenhydroxyd setzt sich verhältnismässig gut ab. Dies stellt gegenüber dem Bayer-Verfahren eine wesentliche Verbesserung dar, da unaufgeschlossene Eisenoxydteilchen infolge ihrer geringen Oberflächenkräfte sich nur schwer und nur durch Druckfiltration aus starken Mutterlaugen entfernen lassen. Durch die hohe Oberflächenaktivität des Eisenhydroxydgels werden kolloidal in Lösung gegangene Verunreinigungen der beispielsweise Natriumaluminatlauge wie  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  usw. mit zu Boden gerissen und es ist eine saubere Trennung möglich.

Erfindungsgemäss soll es auch möglich sein, durch Zusatz von nach dem oben beschriebenen Verfahren erzeugten aktiven Eisenhydroxyd zu dem die Autoklaven des normalen Bayer-Verfahrens oder einer seiner Abarbeitenden verlassenenden Reaktionsgemisch die Absatzbarkeit des Rot-schlammes zu verbessern und gleichzeitig die Aluminatlauge zu reinigen.

**SECRET**

**SECRET**

Neuartig ist die Erkenntnis, dass die Überführung von Eisenoxyd in Eisenhydroxyd über Natriumferrite bereits bei ähnlich milden Bedingungen wie bei dem Bayer-Verfahren möglich ist, wenn die Massen fast oder ganz zur Trockene gebracht werden und dass die Handhabung der Schmelze technisch leicht ist, wenn die Massen während des Eindampfungsprogrammes bewegt werden. Bei Ansätzen mit beispielsweise bis zu 3 Mol NaOH je Mol Oxyd gelingt die quantitative Umwandlung der staubfein gemahlten Masse im Temperaturbereich bis zu 300°. Das Eisenoxyd ist hierbei in Trinatriumferrit umgewandelt. Erfindungsgemäss soll es aber auch möglich sein, die Umsetzung mit 1 2 Mol NaOH durchzuführen und Temperaturen zwischen 150 200° einzuhalten. Die Umsetzung führt hierbei zum basischen Mononatriumferrit.

Die Masse wird hierzu mit festem Natriumhydroxyd und wenig Wasser angepasst und in das Reaktionsgefäss gebracht, das beispielsweise aus einem mit Rührwerk versehenen Kessel oder aus einer umlaufenden Trockentrommel unter Beifügung entsprechend schwerer Mahlkörper, beispielsweise Eisenkugeln, bestehen kann. Das Reaktionsgefäss kann mit Aussenbeheizung versehen sein. Ferner kann die Eindampfung durch Überleiten von Wasserdampf oder kohlensäurefreier Luft oder eines Gemisches von Dampf und Luft gefördert werden. Die notwendige Heissluft kann auch durch Ausnutzung der Abhitze eines Industrieofens oder Dampfkessels gewonnen werden.

Erfindungsgemäss soll es möglich sein, statt des festen Natriumhydroxyds die feingemahlten Massen mit flüssiger Natronlauge anzupasten oder die notwendige Menge Natronlauge während des Eindampfungs Vorganges in den Trockener einzuführen. Die Eindampfung kann kontinuierlich erfolgen.

Es ist erkannt worden, dass nicht nur Rotschlamm und Bauxit hiernach aufgeschlossen werden können, sondern auch andere inaktive Eisenoxydmassen mit guter Ausbeute aufgeschlossen werden, wie z.B. die bisher als wertlos auf Halde gefahrenen Rückstände der Gewinnung von schwefliger Säure beispielsweise durch Abrösten von Pyriten oder ausgebrachten Gasreinigungsmasse (Kiesabbrände).

Das in mehr oder weniger feinkörniger Form anfallende Produkt soll in Wasser oder in bereits angereicherten Mutterlaugen in besonderen Zersettern eingetragen werden, nachdem es nötigenfalls vorher aufgeschwemmt

**SECRET**



**SECRET**

Es soll erfindungsgemäss weiter möglich sein, den Aufschluss der Eisenoxyd enthaltenden Massen unter teilw. Ersatz des Natriumhydroxyds durch Alkalisalze durchzuführen wie beispielsweise Natriumchlorid. Es soll weiterhin möglich sein, den Aufschluss unter teilw. Ersatz des Natriumhydroxyds durch Verbindungen der alkalischen Erden durchzuführen, beispielsweise durch Zusatz von Calcium- oder Magnesiumoxyd, -hydroxyd, -Carbonat, -Chlorid oder -Sulfat. Es können auch Gemische dieser Salze verwendet werden. Ein Zusatz von kleineren Mengen Erdalkali-Verbindungen zur Natronlauge bezweckt die Verhinderung einer Bildung von Natrium-Aluminium-Silikat durch vorzeitige Bindung der vorhandenen oder während der Reaktion entstehenden reaktionsfähigen Kieselsäure. Bei Ersatz von Natriumhydroxyd, beispielsweise durch Kalk, können auch Temperaturen von über 500° angewandt werden.

Es soll erfindungsgemäss weiter möglich sein, die mit Kalk oder anderen Verbindungen der alkalischen Erden aufgeschlossenen Massen nach Verlassen des Reaktionsgefässes mit zur Lösung der entstandenen Metallverbindungen beispielsweise Aluminium-Verbindungen, ausreichenden Alkalisalzlösungen, beispielsweise Soda, umzusetzen und damit die umlaufenden und einzudampfenden Laugenmengen auf ein Mindestmass zu beschränken. Es können auch verdünnte bzw. sehr verdünnte Alkalisalzlösungen zur Lösung der Erdalkali-Hydroxyde verwandt werden.

Erfindungsgemäss soll es auch möglich sein, durch billigen Aufschluss mit Verbindungen der alkalischen Erden aktivierten Kotschlamm dem die Autoklaven des Bayer-Verfahrens verlassenden Reaktionsgemisch zuzuführen, um damit die Absatzfähigkeit des Kotschlammes zu verbessern und die Reinigung der Aluminatlauge zu steigern.

**SECRET**

Patentansprüche**SECRET**

- 1.) Verfahren zur Herstellung von Gasreinigungsmasse durch Aktivierung von eisenoxydhaltigen Massen durch Überführung des Eisenoxyds in Natriumferrit und Eisenhydroxyd dadurch gekennzeichnet, dass die eisenoxydhaltigen Massen bei Temperaturen unter  $300^{\circ}$  mit Natriumhydroxyd in einem Mol-Verhältnis bis zu 1:3 unter Bewegung des Reaktionsgemisches eingedampft werden.
- 2.) Verfahren gemäss Anspruch 1 dadurch gekennzeichnet, dass das Natriumhydroxyd ganz oder teilweise durch Verbindungen der alkalischen Erden ersetzt wird.
- 3.) Verfahren gemäss Anspruch 2 dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktionsprodukte mit Alkalilösungen umgesetzt werden.
- 4.) Verfahren gemäss Anspruch 1-3 gekennzeichnet, dadurch, dass die in den Mutterlaugen enthaltenden Metall- und Metalloidverbindungen durch Aufarbeiten der Mutterlaugen gewonnen werden.
- 5.) Verfahren gemäss Anspruch 1 - 4 dadurch gekennzeichnet, dass die anfallenden Reaktionsprodukte den die Autoklaven des Bayer-Verfahrens verlassenden Reaktionsgemischen ausgesetzt werden.
- 6.) Verfahren gemäss Anspruch 1 - 2 dadurch gekennzeichnet, dass Reaktionen und Feinmahlungen der Reaktionsprodukte in einem Arbeitsgang erfolgen.
- 7.) Verfahren gemäss Anspruch 1 und 2 dadurch gekennzeichnet, dass während des Eindampfungsvorganges kohlensäurefreie Luft durch das Reaktionsgefäss geleitet wird.
- 8.) Verfahren gemäss Anspruch 1 und 2 dadurch gekennzeichnet, dass während des Eindampfungsvorganges zeitweise ein Gemisch aus Dampf und kohlensäurefreier Luft durch das Reaktionsgefäss geleitet wird.
- 9.) Verfahren gemäss Anspruch 2 dadurch gekennzeichnet, dass die Hydroxyde der alkalischen Erde aus dem Reaktionsprodukt durch Alkalisalze entfernt werden.
- 10.) Verfahren gemäss Anspruch 2 dadurch gekennzeichnet, dass die Reaktionen auch bei Temperaturen über  $300^{\circ}$  durchgeführt werden.